

**LOW-TEMPERATURE CURING OR HIGH-TEMPERATURE SHORT-TIME-CURING LIQUID CRYSTAL SEAL MATERIAL COMPOSITION**

Patent Number: JP2000072955  
Publication date: 2000-03-07  
Inventor(s): AOYAMA ICHIRO; YASHIRO KENICHI; KIKUTA YOSHIO  
Applicant(s): MITSUI CHEMICALS INC  
Requested Patent: ☐ JP2000072955 (JP00072955)  
Application Number: JP19980242166 19980827  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C08L63/00 ; C08K3/00 ; C08L21/00 ; G02F1/1339  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a composition being nonproblematic in the unevenness of the display of a liquid crystal cell, having excellent adhesiveness and storage stability and good productivity, and being capable of giving a high-grade liquid crystal cell by selecting a composition essentially consisting of an epoxy resin, a rubber, a filler, a curing agent, and a reactive diluent.

**SOLUTION:** The epoxy resin used is, for example, a bisphenol-derived one and has a number-average molecular weight of at most 7,000. The rubber is, for example, an acrylic ester type one and has a particle diameter of 0.01-5  $\mu$ m. The filler used is, for example, calcium carbonate. The amounts of use per 100 pts.wt. composition are 20-50 pts.wt., 1-15, pts.wt., and 1-50 pts.wt. for the epoxy resin, the rubber, and the filler, respectively. The curing agent is one reactive with the epoxy resin, e.g. an aliphatic amine and is used in an amount of 1-60 pts.wt. per 100 pts.wt. epoxy resin. The reactive diluent is one having at least one epoxy group in the molecule and having a viscosity of 500 Pa.s or below (e.g. Ed-505) and is used in an amount of 1-70 wt.% based on the seal material.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-72955

(P2000-72955A)

(43) 公開日 平成12年3月7日(2000.3.7)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード(参考)
C 0 8 L 63/00		C 0 8 L 63/00	A 2 H 0 8 9
C 0 8 K 3/00		C 0 8 K 3/00	4 J 0 0 2
C 0 8 L 21/00		C 0 8 L 21/00	
G 0 2 F 1/1339	5 0 5	G 0 2 F 1/1339	5 0 5

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平10-242166

(22) 出願日 平成10年8月27日(1998.8.27)

(71) 出願人 000005887

三井化学株式会社

東京都千代田区霞が関三丁目2番5号

(72) 発明者 青山 一郎

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
化学株式会社内

(72) 発明者 八城 賢一

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
化学株式会社内

(72) 発明者 菊田 佳男

神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
化学株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低温硬化型または高温短時間硬化型液晶シール材組成物

(57) 【要約】

【解決手段】 エポキシ樹脂、ゴム、充填剤、硬化剤、  
反応性希釈剤からなる低温硬化または高温短時間硬化型  
液晶シール材組成物であり、より好ましくはエポキシ樹  
脂の分子量が7000以下、ゴムが分散状態で存在し、  
反応性希釈剤を使用する無溶剤型液晶シール材組成物。

【効果】 低温又は高温短時間で硬化し、信頼性があり  
高生産性が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 エポキシ樹脂、ゴム、充填剤、硬化剤、反応性希釈剤を必須成分として含有することを特徴とする液晶シール材組成物。

【請求項2】 エポキシ樹脂、ゴム、充填剤、硬化剤、反応性希釈剤を必須成分として含有し、かつ有機溶剤を含有しないことを特徴とする液晶シール材組成物。

【請求項3】 該エポキシ樹脂は、エポキシ基が1分子中に少なくとも1個以上であり、かつ分子量が7000以下であることを特徴とする請求項1または2記載の液晶シール材組成物。

【請求項4】 該ゴムが、エポキシ樹脂中に粒子として分散した状態で存在することを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の液晶シール材組成物。

【請求項5】 該反応性希釈剤が、1分子中にエポキシ基を1個以上有し、かつ粘度が500mPa・S以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の液晶シール材組成物。

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載の液晶シール材組成物からなる液晶シール材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は液晶表示セルのシールに用いられる、1液型でありかつ無溶剤で可使時間の長い低温硬化型または高温短時間硬化型液晶シール材組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、パーソナルコンピュータをはじめ各種機器の表示装置として軽量、薄型の特徴を有した液晶表示が広く使用されるようになった。また使用環境についても自動車用、産業用と使用環境も厳しくなっている。また最近では液晶セルも大型化され、それに伴って生産性の向上、さらには製品の高品位性が要求されている。ところで、液晶表示素子とは、透明なガラス又はプラスチック基盤の間に液晶を封入したものであり、これを低電圧で駆動させて使用するものであるが、このとき、液晶が基盤の外部に漏れないように封じ込めてセルにするために使用されるものが、いわゆる液晶シール材である。

【0003】現在使用されている液晶シール材としては、主として一液タイプと二液タイプがあり、現在使用されている1液型シール材としては、通常溶剤を含有したものが主に使用されている。しかしながら、通常使用する一液型シール材では、硬化させるのに長時間を要するのが欠点であった。そこで、短時間で硬化させることができるものとして、UV硬化タイプのシール材があるが、信頼性が十分でなく大型の液晶セルに利用出来るまでには至っていない。また、特公昭58-22060号公報には、無溶剤タイプのシール材が記載されているが、主として液状ブタジエン-アクリロニトリル共重合

体あるいはポリエステルエーテルエラストマー等を使用しているため、架橋密度に欠け、耐熱性、耐湿性が十分でない。

【0004】また特開平7-26236号公報には、無機質充填剤及びシランカップリング剤を用いている例であるが、無機質充填剤では硬化に伴う内部応力を十分緩和出来ない。またシランカップリング剤によるガラスへの密着性は得られても、セルには透明電極、配向膜等があり、これらに対する密着性は逆に全く期待出来ない。さらに、溶剤揮発の工程は不要であっても、配合物の関係上、本硬化に150℃で約1時間の時間を要し、大幅な生産性向上は全く望めない。また特開平6-75231号公報には、ゴムを使用することが開示されているが、これも溶剤を含有しており、従って溶剤揮散のために90℃で20分ブリークを行い、さらに硬化温度も150℃×60分と高温かつ長時間を必要としなければならないものである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従って、これらの材料では近年の厳しい使用環境に対応するには難しく、大型セルへの移行に伴う高品位性や高生産性が得られない。

【0006】

【問題を解決するための手段】本発明者らは上記問題を解決するため鋭意検討した結果、エポキシ樹脂、ゴム、充填剤、硬化剤、反応性希釈剤を用いた無溶剤型シール材組成物が、シール性能に優れ低温硬化または高温短時間硬化することを見出し、本発明を完成させるに至った。即ち、本発明は以下の(1)～(6)を提供するのである。

【0007】(1) エポキシ樹脂、ゴム、充填剤、硬化剤、反応性希釈剤を必須成分として含有することを特徴とする液晶シール材組成物。

【0008】(2) エポキシ樹脂、ゴム、充填剤、硬化剤、反応性希釈剤を必須成分として含有し、かつ有機溶剤を含有しないことを特徴とする液晶シール材組成物。

【0009】(3) 該エポキシ樹脂は、エポキシ基が1分子中に少なくとも1個以上であり、かつ分子量が7000以下であることを特徴とする(1)または(2)記載の液晶シール材組成物。

【0010】(4) 該ゴムが、エポキシ樹脂中に粒子として分散した状態で存在することを特徴とする(1)～(3)のいずれかに記載の液晶シール材組成物。

【0011】(5) 該反応性希釈剤が、1分子中にエポキシ基を1個以上有し、かつ粘度が500mPa・S以下であることを特徴とする(1)～(4)のいずれかに記載の液晶シール材組成物。

【0012】(6) (1)～(5)のいずれかに記載の液晶シール材組成物からなる液晶シール材。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明をさらに詳細に説明する。本発明の液晶シール材組成物は、エポキシ樹脂、ゴム、硬化剤、反応性希釈剤を必須成分として含有するものである。本発明に用いられるエポキシ樹脂とは、1分子中にエポキシ基を1個以上有したものであれば特に制限はなく、常温で液体、固体に関わらずいずれでも使用することが出来る。

【0014】エポキシ樹脂としては、具体的には、例えば

(A) 群：(1) ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールAD、(2) フェノールまたはクレゾールとホルムアルデヒドを付加重合したノボラック樹脂、テトラヒドロキシフェニルメタン及びレゾルシノールの如きヒドロキシ化合物、(3) ジアミノジフェニルメタン、アニリン、キシリレンジアミン等のアミン化合物、グリセリン、ペンタエリスリトール等の多価アルコール、またはフタル酸、ヘキサヒドロフタル酸等のカルボキシ化合物等とエピクロロヒドリン、エピブロムヒドリン等のエピハロヒドリン、およびメチルエピクロロヒドリン等のメチルエピハロヒドリンとの重縮合樹脂並びに該重縮合樹脂をハロゲン化した樹脂、

(B) 群：エポキシ化大豆油等のエポキシ化脂肪酸類及びその誘導体、

(C) 群：エポキシ化ポリブタジエン、エポキシ化ポリイソプレン等のエポキシ化ジエン重合体類、または

(D) 群：3, 4-エポキシ-6-メチルシクロヘキシルメチル-3, 4-エポキシ-6-メチルシクロヘキサノカーボネート、ビス(2, 3-エポキシシクロペンチル)エーテル等の脂肪族エポキシ樹脂等が挙げられる。これらの1種または2種以上を使用することが出来る。これらのなかで特に好ましいものとしては(A)群の化合物である。

【0015】本発明における上記エポキシ樹脂の使用量としては、シール材組成物100重量部中に、20~50重量部の範囲で含有することが好ましい。

【0016】本発明に用いるエポキシ樹脂の数平均分子量は、特に制限されるものではないが、通常7000以下であり、好ましくは2000以下である。数平均分子量が2000を超えたエポキシ樹脂を用いた場合、シール剤を適性粘度に下げするため反応性希釈剤をやや大量に加える必要がある。反応性希釈剤の使用量はあまり大量にならないければ、架橋密度の低下、シミだし、Tg低下、反応率低下等のような影響はなく、高品位なセルを作るのに適している。

【0017】本発明に用いられるゴムとしては、エポキシ樹脂中に粒子として分散したものであれば、ゴム粒子がエポキシ樹脂とグラフトしていても良く、グラフトしていなくても良い。このゴムとしては例えば、アクリルエステル系、シリコン系、共役ジエン系、オレフィン系、ポリエステル系、ウレタン系等、が挙げられる。こ

れらは単独または2種以上を併用しても良い。ゴム粒子の分散方法としては、エポキシ樹脂に単にゴムを分散させる方法とグラフトさせる方法がある。好ましくはエポキシ樹脂とのグラフト共重合体、エポキシ樹脂とのグラフト共重合体の存在下でゴム粒子を生成させる方法が良い。またゴム粒子が架橋しているとさらに好ましい。以下、さらに具体的に説明する。

【0018】アクリルエステル系ゴムとしては、コア/ジェル型エマルジョンを乾燥して得られるゴム粒子を用いる方法、及び特開昭55-16053号公報または特開昭55-21432号公報に開示されているようなものが挙げられるが、分散方法や分散後の粘度の観点からすると後者のものが好ましい。

【0019】シリコン系ゴムとしては、シリコンゴム微粒子を用いる方法、特開昭60-72957号公報に開示されている方法、特開平3-170523号公報に開示されている方法、エポキシ樹脂に二重結合を導入してその二重結合と反応可能なハイドロジエン含有シリコンを反応させてグラフト体を生成し、該グラフト体の存在下でシリコンゴムモノマーを重合させる方法、エポキシ樹脂に二重結合を導入してそれに重合可能なビニル基含有シリコンゴムモノマーを反応させグラフト体を生成する方法、このグラフト体の存在下でシリコンゴムモノマーを重合させる方法等がある。好ましくはシリコンゴム微粒子を用いずにグラフト体及びグラフト体を生成後ゴム粒子を生成する方法が良く、これらの方法では生成するゴム粒子を制御しやすく、また、分散後の粘度上昇が少なくシール材の印刷性に好結果をもたらす。

【0020】共役ジエン系ゴムとしては、例えば、1, 3-ブタジエン、1, 3-ペンタジエン、イソプレン、1, 3-ヘキサジエン、クロロプレン等のモノマーを重合または共重合して製造することが出来、市販品を使用することができる。例えば、末端にカルボキシル基を有するブタジエンとアクリロニトリルとの共重合体、末端にアミノ基を有するブタジエンとアクリロニトリルとの共重合体等が挙げられる。

【0021】本発明に用いるゴムの粒径としては、0.01~5 $\mu$ m、好ましくは0.01~2 $\mu$ mのゴムが良い。粒子径が上記以外の場合、セル基盤間のギャップをコントロールしにくい傾向にある。ゴムの使用量としては、シール材組成物100重量部中にゴム分として1.0~15重量部が好ましい。さらに好ましくは2.0~10.0重量部である。1.0重量部未満では、応力緩和が十分でなく、セルとの密着性が劣り易い場合があり、15重量部を超える場合には、応力緩和は充分であるが、シール材組成物が高粘度となり、反応性希釈剤を大量に使用しなければならず、シール性能等が低下し易い傾向にある。これらのゴムは一種または二種以上使用することが出来る。

【0022】本発明で用いる充填剤としては、具体的に

は、例えば炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、硫酸バリウム、硫酸マグネシウム、珪酸アルミニウム、珪酸ジルコニウム、酸化鉄、酸化チタン、酸化アルミニウム（アルミナ）、酸化亜鉛、二酸化珪素、チタン酸カリウム、カオリン、タルク、アスベスト粉、石英粉、雲母、ガラス繊維、等の無機充填剤、ポリエチレン粉、ポリプロピレン粉、ポリエステル粉、ポリ塩化ビニル粉、ポリスチレン粉、ポリ酢酸ビニル粉、ポリエチレン-酢酸ビニル共重合体粉、ポリメタクリレート粉、ポリウレタン粉、尿素樹脂粉、フェノール樹脂粉、ベンゾグアナミン樹脂粉、エポキシ樹脂粉等の有機充填剤がある。これらの充填剤は一種または二種以上使用することが出来る。

【0023】これらの充填剤の添加量としては、シール材組成物100重量部に対し、1〜50重量部が好ましく、より好ましくは、1〜30重量部である。またセルを構成する基盤間が1〜3μmと狭い場合には、充填剤を使用しなくても良い場合がある。

【0024】本発明に用いる硬化剤としては、エポキシ樹脂と反応することが出来るものであれば特開昭に制限はなく、いずれも使用することが出来る。具体的には、例えば脂肪族アミン、芳香族アミン、変性アミン、ポリアミン等のアミン類、有機酸類、芳香族酸無水物、環状脂肪族酸無水物、脂肪族酸無水物、ハロゲン化酸無水物、変性酸無水物等の酸無水物、ポリアミド樹脂、ポリアミドアダクト等のポリアミド樹脂、イミダゾール類およびその誘導体、三フッ化ホウ素-アミンコンプレックス、ジシアンジアミド及びその誘導体、有機ジヒドロラジド化合物、ジアミノマレオニトリル及びその誘導体、メラミン及びその誘導体、ポリメルカプタン類、等である。これらの一種または二種以上を使用することが出来る。またこれらの硬化剤と併用して硬化促進剤を用いても良い。

【0025】硬化剤の添加量としては、当量比の場合エポキシ基/硬化剤官能基=1.00/0.15〜1.00/1.50が好ましく、より好ましくは1.00/0.15〜1.00/1.00である。また重量部の場合エポキシ基を有する樹脂100重量部に対し1〜60重量部が好ましい。

【0026】本発明に用いられる反応性希釈剤とは、1分子中にエポキシ基を1個以上有し、粘度が500mPa・S/25℃以下であるものが好ましいものとして挙げられる。具体的には、例えば市販品として、ED-505、ED-506、ED-509（以上全て商品名、旭電化工業株式会社製）、HELOXY8、HELOXY116、HELOXY69、HELOXY5048（以上全て商品名、エイ・シー・アイ・ジャパン・リミテッド製）等が挙げられる。添加量としてはシール材を所望の粘度にするための量を使用すれば良いが、シール材組成物中に1〜70重量%含有することが好ましい。さらに好ましくは5〜40重量%である。1重量%未満

では、希釈効果に乏しい傾向にあり、70重量%を超えると信頼性の高いシール材組成物が得られにくい傾向にある。また、エポキシ基を有さない反応性希釈剤を用いた場合には、希釈効果は有るものの、反応に関与しないため硬化時の揮発によるセル内汚染、T<sub>g</sub>低下、反応阻害等の影響が考えられ、あまり好ましくない場合があり得る。粘度が500mPa・Sを超える場合には、シール材組成物の粘度調整のために大量の反応性希釈剤を使用することになり、本来のシール材組成バランスがくずれ、信頼性の高いシール材が得られにくい傾向にある。

【0027】本発明の液晶シール材組成物においては、その組成物中に有機溶剤を使用しなくても良く、無溶剤型シール材組成物とすることが好ましい態様の1つとして挙げられる。有機溶剤等を使用しないことにより、溶剤揮散の為に予備硬化する必要がなく、溶剤揮散及び予備硬化のそれぞれの工程も不要となるため、工程が簡略化されるので、コスト削減につながり、経済的にも優れている。また溶剤を使用しないので、セル内汚染等も発生しない。

【0028】本発明においては、必要に応じてカップリング剤、スパーサー、レベリング剤、顔料、染料、可塑剤、消泡剤、溶剤、増粘剤、チクソ付与剤の使用が可能である。また、本発明の組成物は、硬化性、接着性、信頼性に優れており液晶シール材以外に、硝子、プラスチック、金属、無機物の接着剤としても使用することが出来る。

【0029】

【実施例】以下、代表的な実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【0030】〔ゴムの合成〕

合成例1

攪拌機、気体導入管、温度計、冷却管を備えた2000mlの四つ口フラスコにビスフェノールF型エポキシ樹脂（商品名：エピクロン830S・大日本インキ化学工業（株）製）600g、アクリル酸 12g、ジメチルエタノールアミン 1g、トルエン 50gを加え、空気を導入しながら110℃で5時間反応させ、二重結合を導入した。次にブチルアクリレート 350g、グリシジルメタクリレート 20g、ジビニルベンゼン 1g、アゾビスジメチルバレロニトリル 1g、及びアゾビスイソブチロニトリル 2gを加え、反応系内に窒素を導入しながら70℃で3時間反応させ、更に90℃で1時間反応させた。次いで110℃の減圧下で脱トルエンを行い、アクリルゴムが分散した、エポキシ樹脂とアクリルエステル系とのグラフト重合物を得た。この重合物（A）は、平均粒径 0.05μm、ゴム含有量 37.9%であった。

【0031】合成例2

合成例1と同様の方法で行った。まず二重結合を導入

し、次にヒドロキシアクリレート 5g、ブチルアクリレート 10g、アゾビスイソブチロニトリル1gを加え70℃で3時間反応させ、更に90℃で1時間反応させた。次いで110℃の減圧下で脱トルエンを行った。次に分子中にメトキシ基を有するシリコン中間体 70g、ジブチルスズジラウレート 0.3gを加え、150℃で1時間反応を行い、生成メタノールを除去するため更に1時間反応を続行した。このようにして得られたグラフト体に、常温硬化型2液タイプのシリコンゴムを1/1で混合したものを300g加え、2時間反応させシリコンゴムの分散したグラフト体を得た。この重合物(B)は、平均粒径 1.5 $\mu$ m、ゴム含有率 30.0%であった。

#### 【0032】合成例3

合成例1と同様の方法で行った。まず二重結合を導入し、次にラジカル反応性シリコンオイル 50g、アゾ

ビスイソブチロニトリル 1gを加え70℃で3時間反応させ、更に90℃で1時間反応させた。次いで110℃の減圧下で脱トルエンを行った。これに合成例2と同様に常温硬化型2液タイプのシリコンゴムを混合、反応を行いシリコンゴムの分散したグラフト体を得た。この重合物(C)は、平均粒径 0.5 $\mu$ m、ゴム含有率 31.1%であった。

#### 【0033】実施例1～10及び比較例1～3

表1～3の配合処方に記載した通りの配合物を、ダルトンミキサーで予備混合し、次に3本ロールで固体原料が5 $\mu$ m以下になるまで混練した。固形エポキシ樹脂を使用する場合には、反応性希釈剤で加熱溶解させた後使用した。

#### 【0034】

#### 【表1】

表 1

	実 施 例				
	1	2	3	4	5
エポキシ樹脂A	304.0	208.0	37.7	512.0	235.0
エポキシ樹脂B	163.2	112.0			127.0
反応性希釈剤A	200.0		200.0	50.0	200.0
反応性希釈剤B		200.0			
反応性希釈剤C					
重合物A	52.8			158.0	158.0
重合物B		200.0			
重合物C			482.3		
硬化剤A	72.0	72.0	72.0	72.0	72.0
硬化剤B	72.0	72.0	72.0	72.0	72.0
アエロジル	46.0	46.0	46.0	46.0	46.0
アルミナ	90.0	90.0	90.0	90.0	90.0
タルク					
酸化チタン					
シランカップリング剤					

【0035】

【表2】

表 2

	実 施 例				
	6	7	8	9	10
エポキシ樹脂A	131.0	287.0	300.0	300.0	287.0
エポキシ樹脂B	131.0	155.0	161.7	161.7	155.0
反応性希釈剤A	300.0	200.0	200.0	200.0	200.0
反応性希釈剤B					
反応性希釈剤C					
重合物A	158.0	158.0			158.0
重合物B			158.0	158.0	
重合物C					
硬化剤A	72.0	80.0	82.0	82.0	80.0
硬化剤B	72.0	80.0	82.0	82.0	80.0
アエロジル	46.0	13.6	5.3	5.3	13.6
アルミナ	90.0	26.4			
タルク			11.0		26.4
酸化チタン				11.0	
シランカップリング剤					0.05

【0036】

【表3】



表 3

	比 較 例		
	1	2	3
エポキシ樹脂A	338.0	402.0	338.0
エポキシ樹脂B	182.0	216.9	182.0
反応性希釈剤A		200.0	200.0
反応性希釈剤B	200.0		
反応性希釈剤C			
重合物A			
重合物B			
重合物C			
硬化剤A	72.0	82.0	72.0
硬化剤B	72.0	82.0	72.0
アエロジル	46.0	5.3	46.0
アルミナ	90.0		
タルク		11.0	90.0
酸化チタン			
シランカップリング剤			1.2

## 【0037】【記号の説明】

エポキシ樹脂A：EPICLON830（商品名、以下同様）、大日本インキ化学工業（株）製

エポキシ樹脂B：YDCN-7.01、東都化成（株）製

反応性希釈剤A：ED-506・エポキシ基2・60mPa・S、旭電化工業（株）製（それぞれ商品名・エポキシ基の数・粘度を示す、以下同様）

反応性希釈剤B：ED-509・エポキシ基1・30mPa・S、旭電化工業（株）製

反応性希釈剤C：ED-508・エポキシ基0・30m

Pa・S、旭電化工業（株）製

硬化剤A：FXR-1030、富士化成工業（株）製

硬化剤B：CatZ-15 三井化学（株）製

シランカップリング剤：KBM-403 信越化学工業（株）製

【0038】上記配合で調整されたシール材組成物を真空脱泡し、5μmのスペーサーを充分混合し、評価に供した。まず、透明電極、配向膜処理されたガラス基盤にパターンをスクリーン印刷し、もう1枚のガラス基盤を貼り合わせ、圧縮治具にて圧着し、80℃または100℃で加熱し、必要に応じて120℃または150℃で加熱した。上記パターンの内、接着面積が10mm×10mmのものは接着力試験に供した。シール幅1mmで1インチのパネルについては液晶封入口からエステル型液晶を封入し、封入口をストラクトボンドES-302（商品名、三井化学（株）製）で封口し、液晶パネルを作製した。

【0039】なお、得られた低温硬化型およびまたは高温短時間硬化型の液晶シール材組成物、試験片及び液晶パネルは、次の方法で評価し、表4～表7に示す。

【0040】1. 貯蔵安定性：液晶シール材組成物100gをポリエチレン製容器に入れ密栓し、20℃で7日間、-15℃で6ヶ月それぞれ貯蔵し、EH型粘度計にて粘度を測定し、初期粘度に対する粘度倍率を測定。

【0041】2. 表示特性：液晶パネルを80℃で2000時間エージングした後、それに偏光板を施し電圧印加後の表示状態を目視または光学顕微鏡にて観察、評価した。評価記号の内容は次の通り。

【0042】◎：問題なし。

○：顕微鏡（倍率100倍）で確認し10μm以内の範囲でドメイン有り。

△：顕微鏡（倍率50倍）で確認し100μm以内の範囲でドメイン有り。

×：目視で表示むらを確認できる。

【0043】3. 接着力試験：試験片をプレッシャークッカー試験（120℃、2Kg/cm<sup>2</sup>G）を50時間行った後、カッターで接着力を測定した。評価記号の内容は次の通り。

【0044】

○：問題なし（ガラス基盤のフレ）

△：部分剥離

×：全面剥離

【0045】

【表4】

表 4 (硬化: 80℃×5分+120℃×20分)

		表示特性	接着力	貯蔵安定性	
				20℃	-15℃
実 施 例	1	◎	○	1.15	1.11
	2	◎	○	1.13	1.01
	3	◎	○	1.17	1.05
	4	◎	○	1.09	1.13
	5	◎	○	1.57	1.23
	6	◎	○	1.14	1.17
	7	◎	○	1.14	1.19
	8	◎	○	1.15	1.07
	9	◎	○	1.18	1.26
	10	◎	○	1.11	1.04
比 較 例	1	○	△	1.19	1.21
	2	○	△	1.16	1.25
	3	△	△	1.15	1.08

【0046】

【表5】

表5 (硬化: 80℃×5分+150℃×5分)

		表示特性	接着力
実 施 例	1	◎	○
	2	◎	○
	3	◎	○
	4	◎	○
	5	◎	○
	6	◎	○
	7	◎	○
	8	◎	○
	9	◎	○
	10	◎	○
比 較 例	1	○	△
	2	○	△
	3	△	△

【0047】  
【表6】

表 6 (硬化: 100℃×40分)

		表示特性	接着力
実 施 例	1	◎	○
	2	◎	○
	3	◎	○
	4	◎	○
	5	◎	○
	6	◎	○
	7	◎	○
	8	◎	○
	9	◎	○
	10	◎	○
比 較 例	1	○	△
	2	○	△
	3	△	△

【0048】  
【表7】

表 7 (硬化: 150℃×5分)

		表示特性	接着力
実 施 例	1	◎	○
	2	◎	○
	3	◎	○
	4	◎	○
	5	◎	○
	6	◎	○
	7	◎	○
	8	◎	○
	9	◎	○
	10	◎	○
比 較 例	1	○	△
	2	○	△
	3	△	△

【発明の効果】本発明の低温硬化型および/または高温短時間硬化型液晶シール材組成物は、低温硬化、または高温短時間硬化させることができ、このシール材を用いたセルは表示ムラがなく、接着力に優れ、かつシール材組成物の貯蔵安定性にも優れ、生産性が良く、高品位のセルを得ることが出来る。

【0049】

フロントページの続き

Fターム(参考) 2H089 MA04Y MA05Y QA12 QA16  
 4J002 AC022 AC032 AC092 BB033  
 BC003 BG042 CD004 CD011  
 CD021 CD041 CD051 CD061  
 CD101 CD131 CD161 CD181  
 CF003 CP032 DE106 DE116  
 DE136 DE146 DE186 DE236  
 DG006 DG046 DJ016 DJ026  
 DJ036 DJ056 EF127 EL028  
 EL137 EN017 EN057 ER027  
 EU117 FD013 FD016 FD147  
 FD204 FD208 GJ02